

## BL39XU

## 磁性材料

## 1. 概要

2006年4月から2007年3月にかけて、BL39XUでは以下のスタディ及びステーションのアップグレードが行われた。輸送チャンネルでは、ダイヤモンド二結晶分光器のスタディが行われ、実験ステーションでは、多重極限下X線磁気円二色性(XMCD)のための環境整備(超伝導磁石試料ステージ、ヘリウムフロー型冷凍機、ルビー蛍光顕微圧力測定装置の導入、穴掘りダイヤモンド・アンビルの開発)、及び時分割X線分光(XAFS、XMCD)測定用の計測装置の導入が行われた。

本稿では、上記項目の内容を簡潔に記述するとともに、BL39XUの2007年3月現在の状況を示す。

## 2. ビームラインおよび光学系

2006年2月にダイヤモンド二結晶分光器(DDM)<sup>[1]</sup>が導入され、引き続きスタディが行われている。DDMでは、Siピンポスト二結晶分光器と比較して、光子密度及びエネルギー分解能の高い単色X線が得られている。一方で、ビームプロファイルに横縞模様が見られる(図1)、ビーム位置が水平方向に徐々にドリフト(一方向)する、という問題点が明らかになった。ビームプロファイルの横縞模様はダイヤモンド結晶の不完全性に起因すると考えられる。今後より良質な結晶の供給を受けるため、BL39XUでのデータを結晶開発にフィードバックしていく。ビーム位置のドリフトは、単発的なものではなく数日から週単位のゆっくりした変化であるため、その原因は分光結晶ホルダーの長時間にわたる温度変動、もしくは、分光器内に散乱したX線によるものと考えられる。昨年度のスタディ<sup>[2]</sup>では、フロント・エンド(FE)スリットの開口が $0.5 \times 0.5$  mm以上では、明らかなビーム位置ドリ

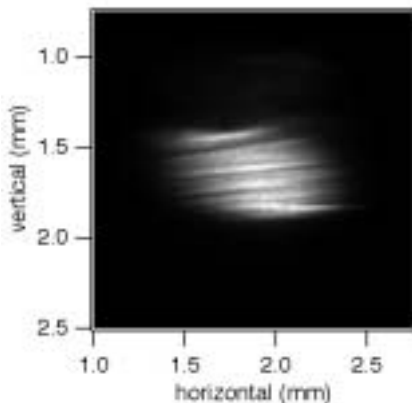


図1 ダイヤモンド二結晶分光器からの単色X線のビームプロファイル(X線エネルギー 18.3 keV、ID ギャップ 50 mm)。

フトが観測された。FEスリット開口の横方向狭め、 $0.5 \times 0.2$  mmで運用したところ、ドリフト量は減少した。しかし、完全にはなくなっておらず、まだ長時間にわたるドリフトが観測されている。さらなる対策として、分光結晶を透過したX線の散乱を抑制するためのシールドの設置を検討している。

## 3. 実験ステーション

BL39XUでは、(1) 多重極端条件下XMCD測定、及び(2) 時分割X線分光(XAFS、XMCD)測定手法の開発を進めている。

**10 T-超伝導磁石(SCM)** 10 T-SCMの試料ロッド用に自動Zステージを設置した。これまでは手動だった試料位置の調整を、ハッチ外から精密に行うことが可能となった。安全のため、強磁場発生中は実験ハッチを立ち入り禁止としているが、本ステージの設置により磁場印加時も試料位置調整を行うことができるようになり、実験の効率が高まった。

**ヘリウムフロー型冷凍機** 20K以下の極低温領域での高圧下X線分光(XAFS、XMCD)測定のために、ヘリウムフロー型冷凍機が導入された(図2)。コンプレッサー型冷凍機と異なり無振動であるため、小さなX線ビームを狭い試料室に導入するダイヤモンド・アンビル・セル(DAC)を用いた高圧実験に有用であり、Karkpatrick-Baez(KB)集光ミラーによるマイクロビーム測定にも適用できる。また、試料温調に要する時間が短い(10→300Kは20分以下)ことも大きなメリットである。現状では、ラディエーション・シールドなどが完全ではなく、試料位置での到達最低温度は10K程度



図2 ヘリウムフロー型冷凍機(Oxford Instruments社製)。ラディエーション・シールド及びシュラウドは用途に応じて設計・変更可能である。写真は、レーザー光導入可能な可視光透明窓を有するシュラウドが取り付けられた状態である。

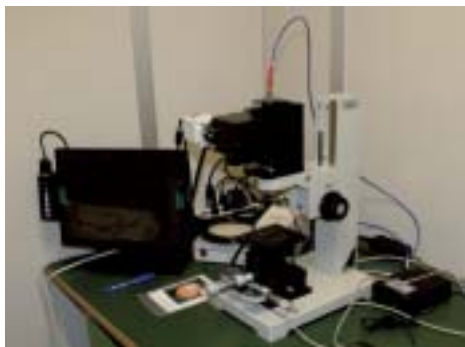


図3 ルビー蛍光法を用いた顕微圧力測定装置 (KeV株式会社製)。光学系がコンパクトにまとめられており、取り外しも可能である。50 GPaまでの圧力の測定が可能である。

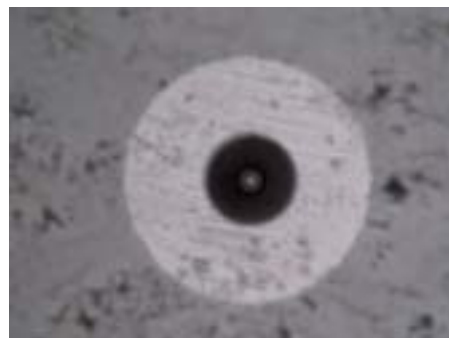


図4 穴掘りダイヤモンド・アンビルのキュレット部の拡大顕微鏡写真。中央の黒い部分がコーン状に穴掘り加工された部分である。加工部は擦りガラス状になっており、可視光の透過率が低いため、ルビー蛍光法による圧力測定は行うことができない。

に留まっている。本装置は500 Kまで昇温できる仕様であるため、将来的には 5 - 500 Kの温度範囲での測定を目指している。

**ルビー蛍光顕微圧力測定装置** 本装置 (図3) は、圧力発生装置であるDAC試料室内の圧力測定に用いられる。システムが比較的コンパクトであるにも関わらず、50 GPa程度までの圧力測定が可能である。将来的には、低温装置内に収納されたDACに対して、圧力のオンライン測定を目指している。

**穴掘りダイヤモンド・アンビル** DACに用いるダイヤモンドは、10 keV以下のX線に対する透過率が大幅に減少する。Ti ~ Fe、La ~ Gdといった磁性元素の吸収端は5~7 keVに位置するため、これらの元素の高圧下でのスペクトル測定では、ダイヤモンド・アンビルによる過大なX線吸収が問題となる。そこでX線透過率の向上を目指し、ダイヤモンド・アンビルに穴掘り加工を施したものを開発した。Ce  $L_3$ -吸収端 (5.7 keV) でのXAFS、Mn K-吸収端 (6.5 keV) でのXMCD測定を試みたところ、良好な統計精度でXAFS及びXMCDスペクトルの測定に成功した。現状では最高印加圧力が4 GPa程度に留まっていること、穴掘加工部が擦りガラス状になっている (図4) ためにルビー蛍光による圧力測定が行うことができない、という問題点が残されている。

**時分割X線分光計測装置** 放射光のパルス光特性を活かした時分割X線分光 (XAFS、XMCD) 測定を目指し、パルスレーザー光を用いた時分割XAFS測定法、及びマイクロビームとパルス磁場とを組み合わせた時分割・顕微XMCD測定法の開発が行われている。本年度は、両者で共通に利用できる以下の計測装置を導入した (図5)。

- 周波数同期型16ビットカウンター (DIGITEX Lab社製17K66)
- デジタル遅延パルス発生器 (Stanford Research Systems (SRS) 社製 DG535)
- ゲートドフォトンカウンター (SRS社製 SR400)
- ゲートドインテグレータ/ボックスカー積分器 (SRS社製 SR250)
- 高速オシロスコープ (Tektronix社製 DPO7254: 周波数帯域2.5 GHz)
- パルス発生器 (AVTECH社製 AVN-4-C: 0.3 - 1 ns, 250 MHz)

これらの計測装置を用いて放射光X線パルスと同期させたXAFSおよびXMCD測定を構築し、パルスレーザー光による光誘起相転移現象の観測や磁気ドットの磁化反転過程の観測 [3] 等の研究が進められている。



図5 時分割X線分光用機器モジュール。周波数同期型16ビットカウンター (左) とその他モジュール一式 (右)。

参考文献

- [1] M. Yabashi, et al.: AIP Conference Proceedings  
879 (2007) 922.
- [2] SPring-8年報 2005年度, p.79.
- [3] 鈴木基寛: 第20回日本放射光学会年会・放射光科学  
合同シンポジウム, 企画講演6-4, 2007年1月.

利用研究促進部門

分光物性Iグループ・MCDチーム

河村 直己、鈴木 基寛、大沢 仁志